

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-356197
 (43)Date of publication of application : 26.12.2001.

(51)Int.Cl. G21K 1/06
 G01N 23/201
 // G02B 17/08

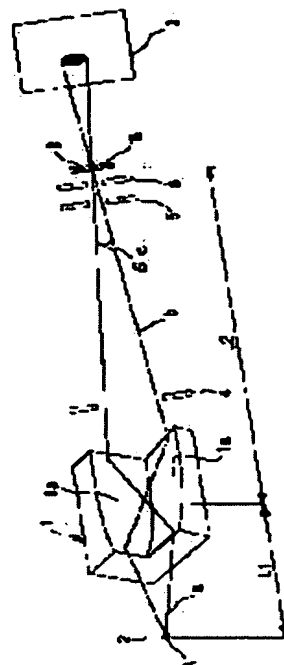
(21)Application number : 2001-109081 (71)Applicant : RIGAKU CORP
 (22)Date of filing : 06.04.2001 (72)Inventor : IWASAKI YOSHIO

(30)Priority
 Priority number : 2000108287 Priority date : 10.04.2000 Priority country : JP

(54) X-RAY OPTICAL DEVICE FOR SMALL ANGLE SCATTERING MEASUREMENT AND MULTILAYER FILM MIRROR**(57)Abstract:**

PROBLEM TO BE SOLVED: To realize highly accurate small angle scattering measurement by optimizing both small angle resolution and incident X-ray intensity relative to a sample.

SOLUTION: A multilayer film 1 having an elliptic reflection surface and a spread angle δ of an X-ray is provided. The elliptic reflection surface of the multilayer film 1 has two focuses. When an X-ray source 2 is arranged on one focus A and the X-rays diverging from the X-ray source 2 are reflected by the multilayer film 1, the reflected X-rays are focused on the other focus B. The X-ray source 2 is arranged on one focus A of the multilayer film 1, and the distance L2 from the center position on the reflection surface of the multilayer film 1 to the other focus B (namely, a convergent point of the reflected X-rays) is set so that a convergent angle θ_c of the X-rays at the focus B becomes roughly twice as large as the spread angle δ . By this formation, both the small angle resolution and the incident X-ray intensity relative to the sample are optimized, to thereby realize the highly accurate small angle scattering measurement.

**LEGAL STATUS**

[Date of request for examination] 14.10.2003

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-356197

(P2001-356197A)

(43) 公開日 平成13年12月26日 (2001. 12. 26)

(51) IntCl.⁷

識別記号

F I

テ-マ-コード (参考)

G 2 1 K 1/06

G 2 1 K 1/06

G 2 G 0 0 1

B 2 H 0 8 7

G 0 1 N 23/201

G 0 1 N 23/201

// G 0 2 B 17/08

G 0 2 B 17/08

Z

審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願2001-109081 (P2001-109081)

(22) 出願日 平成13年4月6日 (2001. 4. 6)

(31) 優先権主張番号 特願2000-108287 (P2000-108287)

(32) 優先日 平成12年4月10日 (2000. 4. 10)

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 000250339

理学電機株式会社

東京都昭島市松原町3丁目9番12号

(72) 発明者 岩崎 吉男

東京都昭島市松原町3-9-12 理学電機株式会社内

(74) 代理人 100101867

弁理士 山本 寿武

Fターム (参考) 2G001 AA01 BA14 BA18 CA01 DA09

KA01 KA08 KA20 PA07

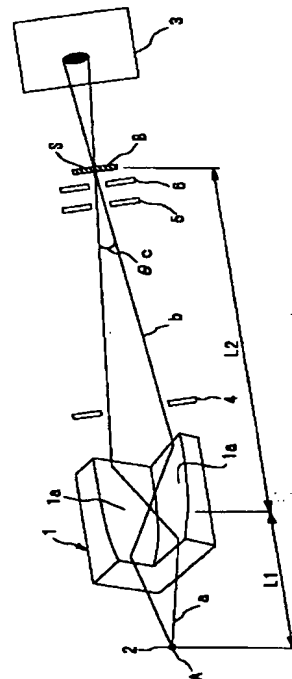
2H087 KA12 TA04 TA06

(54) 【発明の名称】 小角散乱測定用のX線光学装置と多層膜ミラー

(57) 【要約】

【課題】 試料に対する小角分解能と入射X線強度のいずれをも最適化して、高精度な小角散乱測定を実現する。

【解決手段】 楕円反射面を有しX線の広がり角が δ の多層膜ミラー1を備える。この多層膜ミラー1の楕円反射面は、2つの焦点を有しており、一方の焦点AにX線源2を配置して該X線源2から発散されたX線を該多層膜ミラー1で反射させると、その反射X線は他方の焦点Bに収束する。該多層膜ミラー1の一方の焦点AにX線源2を配置するとともに、多層膜ミラー1の反射面中心位置から他方の焦点B (すなわち、反射X線の収束点) までの距離L2を、該焦点BにおけるX線の収束角 θ_c が上記広がり角 δ のほぼ2倍となるように設定する。以上の構成により、試料に対する小角分解能と入射X線強度のいずれをも最適化して、高精度な小角散乱測定を実現することが可能となる。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 反射X線の広がり角が δ の多層膜ミラーと、X線を放射するX線源とを含み、多層膜ミラーが少なくとも次の(イ)及び(ロ)の条件を備えた小角散乱用X線光学装置。

(イ) 反射面が、2つの焦点A、Bをもつ楕円面に形成されている。

(ロ) 反射面の中心位置から焦点Bまでの距離は、焦点AにX線源を配置して反射面にX線を照射したとき、焦点BにおけるX線の収束角 θ_c が前記広がり角 δ のほぼ2倍となるように設定されている。

【請求項2】 請求項1の小角散乱用X線光学装置において、

多層膜ミラーは、前記反射面が、互いに直交する多層膜構造の第1反射部及び第2反射部で形成され、これら各反射部で反射したX線が前記焦点Bに収束するように構成した小角散乱用X線光学装置。

【請求項3】 請求項2の小角散乱用X線光学装置において、

前記第1、第2反射部は、それぞれ基板の表面に原子番号の大きな物質で形成した薄膜層と、原子番号の小さな物質で形成した薄膜層とを交互に積層した多層膜構造に構成してある小角散乱用X線光学装置。

【請求項4】 請求項1乃至3のいずれか一項に記載の小角散乱測定用X線光学装置において、前記多層膜ミラーの焦点Bに試料を配置する小角散乱測定用X線光学装置。

【請求項5】 請求項4の小角散乱測定用X線光学装置において、

前記多層膜ミラーから反射してきたX線の光軸に沿って、X線の発散を抑える第1、第2のスリットを配置し、且つ前記多層膜ミラーの他方の焦点B近傍に前記多層膜ミラーからの寄生散乱を遮蔽する第3のスリットを配置した小角散乱測定用X線光学装置。

【請求項6】 反射X線の広がり角が δ であって、かつ少なくとも次の(イ)及び(ロ)の条件を備えた小角散乱用多層膜ミラー。

(イ) 反射面が、2つの焦点A、Bをもつ楕円面に形成されている。

(ロ) 反射面の中心位置から焦点Bまでの距離は、焦点Aから反射面にX線を照射したとき、焦点BにおけるX線の収束角 θ_c が前記広がり角 δ のほぼ2倍となるように設定されている。

【請求項7】 請求項6の小角散乱用多層膜ミラーにおいて、

前記反射面は、互いに直交する多層膜構造の第1反射部及び第2反射部で形成され、これら各反射部で反射したX線が前記焦点Bに収束するように構成した小角散乱用多層膜ミラー。

【請求項8】 請求項7の小角散乱用多層膜ミラーにお

いて、

前記第1、第2反射部は、それぞれ基板の表面に原子番号の大きな物質で形成した薄膜層と、原子番号の小さな物質で形成した薄膜層とを交互に積層した多層膜構造に構成してある小角散乱用多層膜ミラー。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、物質の小角散乱測定に用いられ、X線源から放射されたX線を試料に収束させるためのX線光学装置と多層膜ミラーに関する。

【0002】

【従来の技術】物質によっては、X線を照射したときに入射X線の光軸を中心とする小角度領域（例えば、 $0^\circ \sim 5^\circ$ 程度）の角度領域において、散乱X線が発生することがある。

【0003】例えば、物質中に $10 \sim 1000 \text{ \AA}$ 程度の微細な粒子やこれに相当する大きさの密度の不均一な領域が存在すると、X線の入射方向に散漫な散乱、いわゆる中心散乱が生じる。この中心散乱は粒子の内部構造には無関係で粒子が小さいほど広がる。この散乱は、結晶質あるいは非晶質に関わらず存在し、散乱角すなわち入射X線の光軸からの角度が $0^\circ \sim 5^\circ$ 程度の小角度領域で観測される。

【0004】また、小角度領域には上記の中心散乱の他に、蛋白質の結晶のように格子面間隔が非常に大きい場合や、繊維試料で結晶質と非晶質とが周期的に並んだ、いわゆる長周期構造の場合のX線回折などが観測される。

【0005】以上のような中心散乱及びX線回折を含め、小角度領域において観測されるX線は、一般に小角散乱と呼ばれており、この小角散乱を測定することにより、試料に関する種々の特性を判定することができる。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】従来、この小角散乱の測定には、試料にX線を収束させる光学系に、円筒面を有する全反射ミラーが用いられていた。この種の全反射ミラーを用いた収束光学系では、全反射ミラーを中心として、X線源（X線焦点）までの距離と、全反射ミラーで反射したX線の収束点までの距離とは、共に等しくなっている。このうち、全反射ミラーからX線の収束点までの距離は、長くするほどX線の収束角が小さくなるために小角分解能が向上して好ましい。

【0007】しかしながら、小角分解能を高めるために全反射ミラーからX線の収束点までの距離を長くした場合、その距離に比例してX線源（X線焦点）から全反射ミラーまでの距離も長くなる。そして、X線源が全反射ミラーから離間するほどX線の減衰が大きくなるため、試料に入射するX線強度が低下してしまう。このように、従来の小角散乱測定に用いられていた光学系は、試料に対する小角分解能と入射X線強度のいずれか一方が

犠牲になってしまうという問題があった。

【0008】この問題を解決するためにトロイダルミラーと称する特殊ミラーを用いた光学系も考えられていたが、このトロイダルミラーは、形状が複雑で製作が極めて困難であり、実用性に乏しかった。

【0009】本発明の目的は、小角散乱測定において、試料に対する小角分解能と入射X線強度のいずれをも最適化することである。

【0010】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するために、本発明に係る小角散乱測定用のX線光学装置は、反射X線の広がり角が δ の多層膜ミラーと、X線を放射するX線源とを含んでいる。このうち、多層膜ミラーは、少なくとも次の(イ)及び(ロ)の条件を備えている。

【0011】(イ) 反射面が、2つの焦点A、Bをもつ楕円面に形成されている。

(ロ) 反射面の中心位置から焦点B(反射X線の収束点)までの距離は、焦点AにX線源を配置して反射面にX線を照射したとき、焦点BにおけるX線の収束角 θ_c が広がり角 δ のほぼ2倍となるように設定されている。

【0012】このような構成とすれば、多層膜ミラーの反射面中心位置からX線源までの距離が短くなり、X線源から発散されるX線の減衰が抑えられる。試料は、多層膜ミラーで反射してきたX線軌道上の任意の位置に配置することができるが、多層膜ミラーによる他方の焦点Bに配置すれば、X線の照射面積が極めて小さくなり、微量の試料で小角散乱測定を行うことが可能となる。

【0013】そして、微量の試料であれば、X線の吸収が少ないキャピラリー管等を試料容器として用いることが可能となり、試料から一層高強度の散乱X線を取り出すことが可能となる。試料から現れた小角散乱X線は、収束点の下流に設けたX線検出器で検出される。

【0014】さて、図2Aに示すように、多層膜ミラー1の表面に入射角 θ をもってX線aを入射させたとき、その入射X線aに対して 2θ の角度でX線bが反射してくるが、多層膜ミラー1の表面粗さ等の影響によりこの反射X線bを中心として微小角度 δ の広がりをもって反射X線cが現れる。

【0015】本発明において、多層膜ミラーにおけるX線の広がり角 δ とは、この反射X線cによる広がり角 δ をいい、これはロッキングカーブの全幅の $1/2$ に相当する。しかし、ロッキングカーブの全幅は、その定義が難しく標準化されていない。そこで、本発明では、ロッキングカーブの半価幅の2倍をロッキングカーブの全幅と定義し、この半価幅をもって広がり角 δ とする。なお、ロッキングカーブの全幅に関し、標準化された定義が確立した場合は、その定義を用いて本発明の広がり角 δ を求めてもよい。

【0016】ロッキングカーブの半価幅は、次のようにして求めることができる。すなわち、図2Bに示すよう

に多層膜ミラー1の表面に対して入射角 θ をもってX線源2からX線aを入射させるとともに、その入射X線aに対して 2θ の角度方向にX線検出器3を配置しておく。この状態から多層膜ミラー1を微小角度だけ ω 回転させると、図2Cに示すようなX線プロファイルIが得られる。このX線プロファイルIをロッキングカーブといい、そのピーク強度の $1/2$ に相当する部分の幅 δ がロッキングカーブの半価幅である。

【0017】また、多層膜ミラーの収束角 θ_c とは、同ミラーで反射して一点に収束するX線束全体の収束角度をいう。上述した多層膜ミラーにおけるX線の広がり角 δ は微小角度であるため、この収束角 θ_c がそのほぼ2倍となるように設定しても該収束角 θ_c は小さなものとなる。したがって、収束点より下流における反射X線の発散角も小さい。

【0018】さらに、多層膜ミラーの収束角 θ_c がこのように設定されることで、図3に示すように、収束角 θ_c で収束する反射X線bの周囲に、広がり角 δ ($\approx \theta_c/2$)をもって現れる反射X線cは、ほぼ平行な軌跡を描く。以上のことから、X線の収束点(すなわち、試料位置)から離れた位置にX線検出器を配置することが可能となり、高い小角分解能を得ることができる。

【0019】また、本発明は、多層膜ミラーから反射してきたX線の光軸に沿って、X線の発散を抑える第1、第2のスリットを配置し、且つ多層膜ミラーの他方の焦点(X線の収束点)近傍に多層膜ミラーからの寄生散乱を遮蔽する第3のスリットを配置することが好ましい。

【0020】多層膜ミラーからの寄生散乱は、小角散乱測定に悪影響を及ぼすことは周知の事実である。本発明の光学装置によれば、多層膜ミラーと試料との間の距離は十分に長く確保されるので、寄生散乱の影響は少ないが、さらに第3のスリットを挿入することで、寄生散乱X線をより確実に遮蔽することができる。試料を多層膜ミラーの他方の焦点(X線の収束点)に配置すれば、第3のスリットは該収束点の近傍に配置できるので、X線の強度を減衰させることなくスリット幅を縮めることが可能となり、X線強度を保持しつつ寄生散乱を遮蔽することができる。

【0021】

【発明の実施の形態】以下、この発明の最適な実施形態を図面に基づいて説明する。図1は本発明の実施形態に係る小角散乱測定用光学装置の構成図である。図1に示すように、本実施形態の小角散乱測定用光学装置は、X線源2、多層膜ミラー1、第1、第2、第3のスリット4、5、6を備えている。X線源2は、ポイント状の焦点からX線を放射する高出力のX線発生器を用いている。多層膜ミラー1は、互いに直交する第1反射部1aと第2反射部1bによって構成されている。

【0022】本実施形態で用いる第1、第2反射部1a、1bは、それぞれ図4に示すように、基板10の表

面に原子番号の大きな物質（例えば、タングステンWや白金Pt）の層11と、原子番号の小さな物質（例えば、炭素Cや珪素Si）の層12を交互に積層した多層膜構造を有している。各層11、12の厚さは、数nmから数10nmで、周期が100～200層に形成してある。また、各層11、12でのX線の屈折による影響を考慮して、各層11、12の表面はそれぞれ基板10の表面に対して所定の傾き角を設定してある。さらに、各反射部1a、1bは、反射X線を一点に収束させるために同一の楕円面状に湾曲形成してある。

【0023】X線源2は上述した多層膜ミラー1の一方の焦点Aに配置される。そして、多層膜ミラー1の反射面中心位置から他方の焦点B（反射X線の収束点）までの距離L2は、該焦点BにおけるX線の収束角 θ_c が、多層膜ミラー1の広がり角 δ （すなわち、ロッキングカーブの半価幅）のほぼ2倍となるように設定してある。この設定は、多層膜ミラー1の構成、例えば、楕円面形状、材料、多層膜構造を調整することにより実現できる。

【0024】このように設定することで、多層膜ミラー1の中心位置からX線源2までの距離L1は、中心位置から他方の焦点Bまでの距離L2に比べて充分に短くなる（ $L1 \ll L2$ ）。

【0025】例えば、多層膜ミラー1の反射X線の広がり角 δ が 0.05° 、多層膜ミラー1に入射するX線aの立体角 α が 0.27° 、多層膜ミラー1の中心位置からX線源2までの距離L1が250mmに設定されているものとして、多層膜ミラー1の中心位置から焦点B（収束点）までの距離L2を700mmに設定すると、反射X線bの収束角 θ_c は次式に示すごとく広がり角 δ のほぼ2倍となり、好ましい配置関係が得られる。
$$\theta_c = \alpha \times L1 / L2 = 0.27 \times 250 / 700 \approx 0.096 \approx 2\delta$$

【0026】第1、第2のスリット4、5は、多層膜ミラー1から出てきた反射X線bの発散を抑えるために設けてある。第3のスリット6は、多層膜ミラー1からの寄生散乱を遮蔽するためのスリットで、X線の収束点Bに近接して設けてある。この第3のスリット6には、2軸方向にスリット幅を可変できる4象限スリットを用いることが好ましい。

【0027】試料Sは、多層膜ミラー1からの反射X線bの収束点（焦点B）に配置することが好ましく、その下流にX線検出器3が設置されている。X線検出器3としては、試料Sから発散された小角散乱X線を広い範囲にわたって検出できるように、イメージングプレート（IP）を用いている。

【0028】本実施形態の小角散乱測定用光学装置では、X線源2から放射されたX線aを多層膜ミラー1に入射させるが、このX線源2から多層膜ミラー1までの距離L1は上述したように短く設定されているので、こ

の間におけるX線aの減衰が少なく大きなX線強度を保つことができる。

【0029】多層膜ミラー1に一端側から入射したX線aは、第1反射部1a及び第2反射部1bの間で交互に反射して、他端側へ出射していく。そして、多層膜ミラー1から出射した反射X線bは収束角 θ_c で収束する。

【0030】ここで、収束角 θ_c は、多層膜ミラー1の広がり角 δ のほぼ2倍となるように調整されているので、既述したように反射X線bの周囲に、広がり角 δ をもって現れる反射X線cは、ほぼ平行な軌跡を描く（図3参照）。また、そのように設定された収束角 θ_c は、上述したとおり小さい角度である。したがって、X線の収束点B（すなわち、試料位置）から離れた位置にX線検出器3を配置することが可能となり、高い小角分解能を得ることが可能となる。

【0031】このようにして反射X線bが試料Sに照射されると、試料Sから小角散乱X線が取り出される。この小角散乱X線は、下流に設けたX線検出器3（IP）で検出される。

【0032】なお、試料SとX線検出器3との間の距離を長くすれば、X線の空気散乱が増加してバックグラウンドが上昇し、そのため、測定結果についてのS/N比が悪くなるおそれがある。この問題を解消するためには、試料SとX線検出器3との間を真空パスで覆うことが望ましい。さらに、同様の理由から各スリット4、5、6間も真空パスで覆うことが望ましい。

【0033】

【発明の効果】以上説明したように、本発明の小角散乱測定用光学装置によれば、試料に対する小角分解能と入射X線強度のいずれをも最適化することが可能となり、高精度な小角散乱測定を実施することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の実施形態に係る小角散乱測定用光学装置の構成図である。

【図2】（a）は多層膜ミラーの広がり角を説明するための図、（b）はロッキングカーブ測定の一般手法を示す図、（c）はロッキングカーブ及びその半価幅を示す図である。

【図3】多層膜ミラーで反射したX線の収束角と広がり角の関係を示す図である。

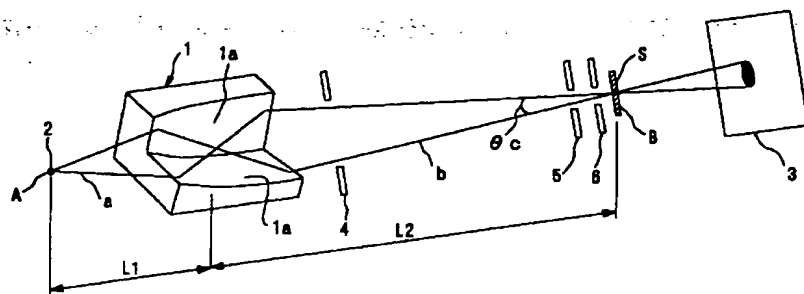
【図4】楕円面形状をした多層膜ミラーの構造例を示す断面図である。

【符号の説明】

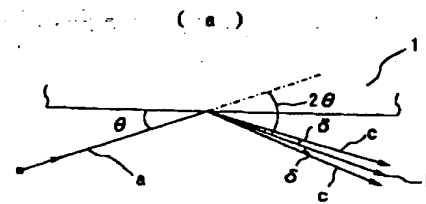
- 1：多層膜ミラー
- 1a：第1反射部
- 1b：第2反射部
- 2：X線源
- 3：X線検出器
- 4：第1のスリット
- 5：第2のスリット

6. 第3のスリット

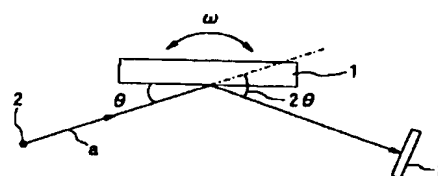
【図1】



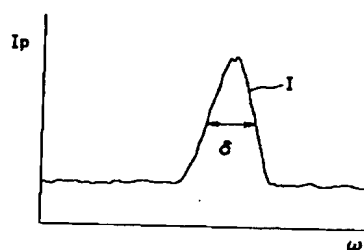
【図2】



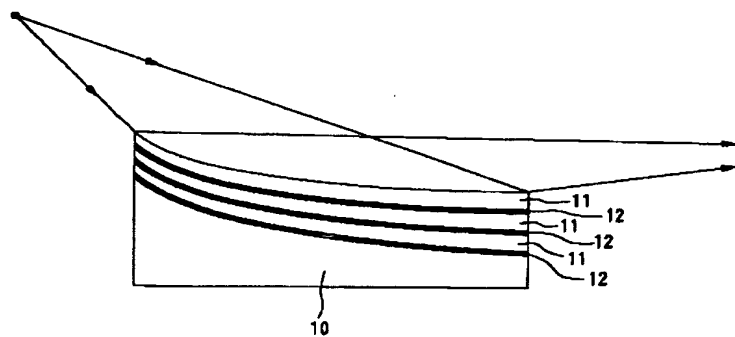
(b)



(c)



【図4】



【図3】

